

3/19/1 DIALOG(R)File 351:Derwent WPI (c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

013217162

WPI Acc No: 2000-389036/200034

XRAM Acc No: C00-118302

XRPX Acc No: N00-291288

**Ceramic restauration used e.g. in the production of  
artificial teeth comprises a glass ceramic additionally containing  
leucite**

Patent Assignee: DEGUSSA-HUELS AG (DEGS ); DUCERA DENTAL GMBH & CO KG  
(DUCE-N); DEGUSSA AG (DEGS )

Inventor: ASSMANN S; STEIDL J

Number of Countries: 030 Number of Patents: 007

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
EP 1000588	A2	20000517	EP 99121654	A	19991102	200034 B
DE 19852516	A1	20000525	DE 1052516	A	19981113	200034
JP 2000139953	A	20000523	JP 99319787	A	19991110	200034
CA 2289820	A1	20000513	CA 2289820	A	19991112	200040
BR 9905363	A	20000829	BR 995363	A	19991111	200046
KR 2000035414	A	20000626	KR 9949919	A	19991111	200111
US 6342302	B1	20020129	US 99438537	A	19991112	200210

Priority Applications (No Type Date): DE 1052516 A 19981113

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
EP 1000588	A2	G	12	A61C-013/083	

Designated States (Regional): AL AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT  
LI LT LU LV MC MK NL PT RO SE SI

DE 19852516	A1	A61K-006/02
JP 2000139953	A	7 A61C-005/08
CA 2289820	A1 E	A61K-006/06
BR 9905363	A	A61C-013/083
KR 2000035414	A	A61K-006/06
US 6342302	B1	A61C-013/08

Abstract (Basic): EP 1000588 A2

NOVELTY - Ceramic restauration comprises a glass ceramic containing (in wt.%) 40-95 SiO<sub>2</sub>, 5-25 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5-25 K<sub>2</sub>O, 0-25 Na<sub>2</sub>O, 0-20 CaO, 0-8 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0-0.5 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and 0-3 F. The ceramic additionally contains 20-45 wt.% leucite as single crystal phase. The ceramic restauration has a linear heat expansion coefficient  $\alpha(20-500^{\circ}\text{C})$  of  $12.5 - 15.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for a process for the production of a ceramic restauration based on leucite-containing glass ceramic comprising: (a) producing a starting glass or glass ceramic containing (in wt.%) 40-95 SiO<sub>2</sub>, 5-25 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5-25 K<sub>2</sub>O, 0-25 Na<sub>2</sub>O, 0-20 CaO, 0-8 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0-0.5 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and 0-3 F in the form of powder or granulate; (b) forming a sintered body in cylinder or pellet form; (c) converting into the viscous state at 850-1200°C and compressing under a pressure of 2-6 bar into a mold corresponding to the dental restauration to form a glass ceramic containing 20-45 wt.% leucite.

USE - Used in the production of artificial teeth, crowns, partial crowns, bridges, inlays, onlays, facettes, and tooth root construction.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

ADVANTAGE - The dental restauration has good mechanical and optical properties.

pp; 12 DwgNo 0/0

Title Terms: CERAMIC; PRODUCE; ARTIFICIAL; TOOTH; COMPRISE; GLASS; CERAMIC;  
ADD; CONTAIN; LEUCITE

Derwent Class: D21; L02; P32; P73

International Patent Class (Main): A61C-005/08; A61C-013/08; A61C-013/083;  
A61K-006/02; A61K-006/06

International Patent Class (Additional): A61C-008/00; A61C-013/003;  
A61K-006/027; B32B-009/00

File Segment: CPI; EngPI

Manual Codes (CPI/A-N): D08-A03; L02-J02A

Derwent Registry Numbers: 1498-U; 1503-U; 1517-U; 1523-U; 1544-U; 1694-U

Derwent WPI (Dialog® File 351): (c) 2004 Thomson Derwent. All rights reserved.

---

© 2004 Dialog, a Thomson business

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 198 52 516 A 1** ✓

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**A 61 K 6/02**

②① Aktenzeichen: 198 52 516.8  
②② Anmeldetag: 13. 11. 1998  
④③ Offenlegungstag: 25. 5. 2000

DE 198 52 516 A 1

⑦① Anmelder:

Degussa-Hüls AG, 45772 Marl, DE; DUCERA Dental GmbH & Co. KG, 61191 Rosbach, DE

⑦② Erfinder:

Steidl, Jürgen, 61206 Wöllstadt, DE; Assmann, Steffen, 61231 Bad Nauheim, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:

DE	198 50 266 A1
US	57 05 273 A
US	56 53 791 A
US	46 04 366
EP	02 31 773 A1
WO	95 11 866 A1

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Keramische Dentalrestauration

⑤⑦ Die Erfindung betrifft eine keramische Dentalrestauration auf Basis einer leucithaltigen Glaskeramik, die dadurch gekennzeichnet ist, daß die Glaskeramik als Komponenten

40-95 Gew.-% SiO<sub>2</sub>  
5-25 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
5-25 Gew.-% K<sub>2</sub>O  
0-25 Gew.-% Na<sub>2</sub>O  
0-20 Gew.-% CaO  
0-8 Gew.-% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
0-0,5 Gew.-% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>  
0-3 Gew.-% F

enthält, daß sie als einzige Kristallphase Leucit in einem Gesamtanteil von 20 bis 45 Gew.-% enthält, wobei mindestens 80% der theoretisch erzeugbaren Leucitmenge vorliegen, und daß sie einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $12,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $15,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist. Diese Glaskeramik ist insbesondere zur Verarbeitung als Preßkeramik geeignet und läßt sich vorteilhaft mit Dentalkeramik, die einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $13,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $17,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist, verblenden.

DE 198 52 516 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine keramische Dentalrestauration auf Basis einer leucithaltigen Glaskeramik, die insbesondere dadurch erhalten werden kann, daß man ein erfindungsgemäßes dentalkeramisches Material im viskosen Zustand in eine der Dentalrestauration entsprechende Form verpreßt.

Dentalrestaurationen wie künstliche Zähne, Kronen, Teilkronen, Brücken, Inlays, Onlays, Facetten, Stumpfaufbauten, Zahnwurzelkonstruktionen etc. werden überwiegend aus Metallegierungen, insbesondere auf Edelmetallbasis, gefertigt. Meist werden diese aus ästhetischen Gründen mit Keramik verblendet, um der Restauration, insbesondere im sichtbaren Bereich, ein dem natürlichen Zahn möglichst entsprechendes Aussehen zu geben.

Verblendkeramiken müssen in Schmelzpunkt und Wärmeausdehnungskoeffizient (WAK) sehr sorgfältig auf den Werkstoff des Grundgerüsts abgestimmt sein. Bei metallkeramischen Systemen wird üblicherweise der WAK der Keramik so gewählt, daß dieser geringfügig unter dem des metallischen Grundwerkstoffes liegt. Hierbei werden Zugspannungen in der Verblendkeramik verhindert und stattdessen Druckspannungen induziert, so daß beim Aufbrennen und Abkühlen sowie bei späteren Belastungen durch Temperaturwechsel das Auftreten von Sprüngen vermieden wird. Verblendkeramiken, die auf die seit geraumen Jahren aufgrund besserer Verträglichkeit dominierenden hochgoldhaltigen Dentallegierungen abgestimmt sind, besitzen typischerweise einen linearen WAK  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von etwa  $12,5 \cdot 10^{-6}$  bis etwa  $16,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Derartige keramische Werkstoffe sind beispielsweise in EP 0 478 937 beschrieben. Eine in der Praxis häufig eingesetzte Verblendkeramik dieser Kategorie weist einen WAK  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $15,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  auf.

Als Alternative zu metallkeramischen Dentalrestaurationen werden vermehrt vollkeramische Systeme eingesetzt. Als Basiswerkstoffe werden hierbei überwiegend Glaskeramiken verwendet. Als Glaskeramiken werden Materialien bezeichnet, bei denen in einer Glasphase mindestens eine Kristallphase verteilt vorliegt. Glaskeramik kann erhalten werden, in dem man ein amorphes Ausgangsglas einem gesteuerten partiellen Kristallisationsprozess unterwirft.

In beispielsweise US-A-4,798,536 werden vollkeramische Dentalrestaurationen aus Glaskeramik auf Feldspat-Basis beschrieben, wobei diese mindestens 45 Gew.-% Leucit als Kristallphase enthält. Hierbei wird das Dentalprodukt in Schlickertechnik geformt und dann gesintert.

Als besonders vorteilhaft für die Herstellung von vollkeramischen Dentalrestaurationen hat sich eine Technik erwiesen, bei der ein geeignetes dentalkeramisches Material unter Einwirkung von hoher Temperatur und unter Druck in den viskosen Zustand überführt und in eine der Dentalrestauration entsprechende Form verpreßt wird. Ein derartiges Material sowie das daraus hergestellte Dentalprodukt wird in der Dentaltechnik häufig auch als Preßkeramik bezeichnet. In EP 0 231 773 A1 wird diese Technik und ein hierfür geeigneter Preßofen beschrieben. In DE 44 23 793 C1 wird eine als Preßkeramik verarbeitbare Dental-Glaskeramik beschrieben, die Leucit und mindestens eine weitere Kristallphase enthält.

In DE 44 23 794 C1 wird eine auch als Preßkeramik verarbeitbare Dental-Glaskeramik beschrieben, die als Kristallphase  $\text{ZrO}_2$  und mindestens eine weitere Kristallphase enthält.

In DE 196 47 793 A1 wird eine als Preßkeramik verarbeitbare Dental-Glaskeramik beschrieben, die Lithiumdisilikat als Hauptkristallphase enthält.

Die bekannten und praktisch als Preßkeramik eingesetzten Glaskeramiken auf Leucitbasis weisen einen WAK  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  auf, der im Regelfall im Bereich von etwa  $14 \cdot 10^{-6}$  bis etwa  $20 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  liegt, und sollten daher mit den üblichen Verblendkeramiken mit niedriger liegendem WAK kombinierbar sein.

In der Praxis hat sich jedoch gezeigt, daß die Herstellung von vollkeramischen Dentalrestaurationen durch Kombination dieser bekannten Glaskeramiken als Gerüstwerkstoff mit den bei metallkeramischen Systemen verwendeten Verblendkeramiken trotz der gleichartigen Abstimmung der Wärmeausdehnungskoeffizienten zu Problemen führt. So wird bei Verblendarbeiten eine hohe Ausschußrate durch Rißbildung beobachtet. Temperaturwechselbelastungen führen in nichtakzeptablem Maße zu weiterer Rißbildung und Versagen durch Bruch. Weiterhin wird bei den in der Praxis meist erforderlichen Mehrfachbränden ein Driften des WAK des Glaskeramikgrundkörpers zu höheren Werten hin beobachtet, was wiederum Sprungbildung und Bruch begünstigt.

Der Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, eine Glaskeramik für die Herstellung von keramischen Dentalrestaurationen aufzufinden bei der bei Verblendung mit gängigen Verblendkeramiken die geschilderten Probleme nicht auftreten.

Überraschend wurde gefunden, daß die genannten Probleme nicht auftreten, wenn bei keramischen Dentalrestaurationen als Grundmaterial eine leucithaltige Glaskeramik eingesetzt wird, die dadurch gekennzeichnet ist, daß sie als Komponenten

- 40-95 Gew.-%  $\text{SiO}_2$
- 5-25 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$
- 5-25 Gew.-%  $\text{K}_2\text{O}$
- 0-25 Gew.-%  $\text{Na}_2\text{O}$
- 0-20 Gew.-%  $\text{CaO}$
- 0-8 Gew.-%  $\text{B}_2\text{O}_3$
- 0-0,5 Gew.-%  $\text{P}_2\text{O}_5$
- 0-3 Gew.-% F

enthält, daß sie als einzige Kristallphase Leucit in einem Gesamtanteil von 20-45 Gew.-% enthält, wobei mindestens 80% der theoretisch erzeugbaren Leucitmenge vorliegen, und daß sie einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $12,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $15,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist.

Gegenstand der Erfindung ist somit eine keramische Dentalrestauration auf Basis einer wie vorstehend charakterisierten leucithaltigen Glaskeramik.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung einer keramischen Dentalrestauration auf Basis

leucithaltiger Glaskeramik, bei dem man eine wie vorstehend charakterisierte Glaskeramik im viskosen Zustand in eine der Dentalrestauration entsprechende Form verpreßt.

Die Erfindung basiert auf der überraschenden Erkenntnis, daß es bei vollkeramischen Dentalrestaurationen zur Vermeidung von Ribbildung und Folgeschäden vorteilhaft ist, den WAK der Basiskeramik, im Gegensatz zu der bewährten Situation bei metallkeramischen Systemen, niedriger zu wählen als den der Verblendkeramik. Bei leucithaltiger Glaskeramik ist der WAK abhängig vom Gehalt an Leucit, wobei die reine Glasphase einen WAK  $\alpha_{(20-500^{\circ}\text{C})}$  von ca.  $10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  und der reine tetragonale Leucit einen WAK  $\alpha_{(20-500^{\circ}\text{C})}$  von ca.  $20 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist. Leucit,  $\text{K}[\text{AlSi}_2\text{O}_6]$ , kann sich durch Kristallisation in einem Ausgangsglas bilden, wenn dieses die Komponenten  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{K}_2\text{O}$  enthält.

Die zur Herstellung der erfindungsgemäßen keramischen Dentalrestaurationen vorgesehene Glaskeramik enthält als Komponenten

40-95 Gew.-%  $\text{SiO}_2$   
 5-25 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
 5-25 Gew.-%  $\text{K}_2\text{O}$   
 0-25 Gew.-%  $\text{Na}_2\text{O}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{CaO}$   
 0-8 Gew.-%  $\text{B}_2\text{O}_3$   
 0-0,5 Gew.-%  $\text{P}_2\text{O}_5$   
 0-3 Gew.-% F.

Die Glaskeramik kann als weitere Komponenten

0-10 Gew.-%  $\text{La}_2\text{O}_3$   
 0-10 Gew.-%  $\text{Sb}_2\text{O}_3$   
 0-10 Gew.-%  $\text{Li}_2\text{O}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{MgO}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{BaO}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{SrO}$   
 0-3,5 Gew.-%  $\text{ZnO}$   
 0-30 Gew.-%  $\text{TiO}_2$   
 0-14 Gew.-%  $\text{ZrO}_2$   
 0-30 Gew.-%  $\text{CeO}_2$   
 0-30 Gew.-%  $\text{SnO}_2$

enthalten.

Vorzugsweise besteht die Glaskeramik aus

50-80 Gew.-%  $\text{SiO}_2$   
 12-25 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
 7-18 Gew.-%  $\text{K}_2\text{O}$   
 0,5-25 Gew.-%  $\text{Na}_2\text{O}$   
 0,1-2,5 Gew.-%  $\text{CaO}$ .

Durch diese Zusammensetzung ist gewährleistet, daß die zu dem Dentalprodukt verarbeitete Glaskeramik als einzige Kristallphase Leucit in einem Gesamtanteil von 20 bis 45 Gew.-% enthält und daß sie somit einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^{\circ}\text{C})}$  von  $12,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $15,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist. Hierbei liegen mindestens 80% der theoretisch erzeugbaren Leucitmenge in der Glaskeramik vor. Durch die nahezu quantitative Ausbildung der Leucitphase ist weiterhin gewährleistet, daß bei thermischen Folgebearbeitungen, wie insbesondere das Aufbringen von Verblendkeramik, keine wesentliche Änderung des Leucitgehaltes und damit kein Driften des WAK der Basisglaskeramik zu höheren WAK-Werten hin auftritt. Vorzugsweise enthält die Glaskeramik 35 bis 40 Gew.-% an Leucit, wobei sich dieses zu mindestens 90% der theoretisch erzeugbaren Menge gebildet hat; dieses Material besitzt dann einen WAK  $\alpha_{(20-500^{\circ}\text{C})}$  von  $13,0 \cdot 10^{-6}$  bis  $14,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .

Mit einem derartigen Material können also gezielt dentale Basisglaskeramikobjekte hergestellt werden, deren WAK unter dem der üblichen dentalen Verblendkeramiken liegt und sich auch nicht zu höheren Werten hin verändert.

Die erfindungsgemäße keramische Dentalrestauration ist demnach vorzüglich für die Verblendung mit gängigen dentalen Verblendkeramiken mit linearem Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^{\circ}\text{C})}$  von  $13,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $17,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  geeignet. Hierbei wird der WAK der Basisglaskeramik so gewählt, daß er um  $0,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , vorzugsweise um etwa  $1,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , unter dem der Verblendkeramik liegt. Besonders bevorzugt ist eine derartige keramische Dentalrestauration, bei der der lineare Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^{\circ}\text{C})}$  der Basiskeramik  $13,0 \cdot 10^{-6}$  bis  $14,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  und der lineare Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^{\circ}\text{C})}$  der Verblendkeramik etwa  $15,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  beträgt.

Das Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen keramischen Dentalrestauration auf Basis leucithaltiger Glaskeramik erfolgt in der Weise, daß man

(a) ein Ausgangsglas oder eine Ausgangsglaskeramik in Form eines Pulvers oder eines Granulats herstellt, die als Komponenten

40-95 Gew.-%  $\text{SiO}_2$   
 5-25 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
 5-25 Gew.-%  $\text{K}_2\text{O}$

0-25 Gew.-% Na<sub>2</sub>O  
 0-20 Gew.-% CaO  
 0-8 Gew.-% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
 0-0,5 Gew.-% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>  
 0-3 Gew.-% F

enthalten,

(b) aus dem Pulver oder Granulat einen Sinterkörper in Zylinder- oder Pelletform herstellt,

(c) den Sinterkörper bei einer Temperatur zwischen 850 und 1200°C in den viskosen Zustand überführt und unter einem Druck zwischen 2 und 6 bar in eine der Dentalrestauration entsprechende Form verpreßt, wodurch sich eine Glaskeramik bildet, die als einzige Kristallphase Leucit in einem Gesamtanteil von 20 bis 45 Gew.-% enthält, wobei mindestens 80% der theoretisch erzeugbaren Leucitmenge vorliegen, und die einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $12,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $15,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist.

Im Verfahrensschritt (a) werden die genannten Komponenten gemischt, zu einem Glas aufgeschmolzen und die Glasmelze dann in Wasser gegfritet. Gewünschtenfalls können als weitere Komponenten

0-10 Gew.-% La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
 0-10 Gew.-% Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
 0-10 Gew.-% Li<sub>2</sub>O  
 0-20 Gew.-% MgO  
 0-20 Gew.-% BaO  
 0-20 Gew.-% SrO  
 0-3,5 Gew.-% ZnO  
 0-30 Gew.-% TiO<sub>2</sub>  
 0-14 Gew.-% ZrO<sub>2</sub>  
 0-30 Gew.-% CeO<sub>2</sub>  
 0-30 Gew.-% SnO<sub>2</sub>

zugefügt werden. Vorzugsweise besteht das Ausgangsglas aus

50-80 Gew.-% SiO<sub>2</sub>  
 12-25 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
 7-18 Gew.-% K<sub>2</sub>O  
 0,5-25 Gew.-% Na<sub>2</sub>O  
 0,1-2,5 Gew.-% CaO.

Das durch Fritten erhaltene Glaspulver kann weiter aufgemahlen und auf eine bestimmte Teilchengröße, zweckmäßig ist 100 µm, klassiert werden. Zur Erzielung höchster Homogenität des Glases kann der Vorgang des Aufschmelzens, Fritzens, Mahlens und Klassierens mehrfach wiederholt werden. Das Ausgangsglas weist nach diesen Vorgängen normalerweise noch keine Leucitphase auf. Durch etwaige anschließende thermische Behandlungen, etwa bei der Weiterverarbeitung zu Vor- bzw. Zwischenprodukten zur eigentlichen Herstellung von Dentalprodukten, kann aber durch partielle Kristallisation eine Umwandlung in eine Ausgangsglaskeramik erfolgen. Das Ausgangsglas bzw. die Ausgangsglaskeramik kann auch als Granulat vorliegen.

In Verfahrensschritt (b) wird aus dem Pulver oder Granulat des Ausgangsglases bzw. der Ausgangsglaskeramik ein Sinterkörper in Zylinder- oder Pelletform hergestellt. Hierzu wird das Material zu entsprechenden Formkörpern unter einem Druck von 40 bis 200 bar verpreßt und bei Temperaturen zwischen 750 und 950°C über einen Zeitraum von 1 bis 5 Minuten gesintert. Im Hinblick auf die Anwendung als Preßkeramik werden die Sinterkörper zweckmäßigerweise als Ronden mit den Abmessungen 10 bis 12 mm Durchmesser und 8 bis 12 mm Höhe dimensioniert.

Im Verfahrensschritt (c) erfolgt die Verarbeitung des Sinterkörpers zu der geformten keramischen Dentalrestauration durch Verpressen im viskosen Zustand. Hierbei erfolgt die abschließende Umwandlung in eine Glaskeramik durch Kristallisation der Leucitphase. Die Verarbeitung kann im wesentlichen nach dem Verfahren und in einem Preßofen wie in EP 0 231 773 A1 beschrieben erfolgen. Die zunächst erforderliche Formherstellung für die Dentalrestauration erfolgt in der üblichen Technik der Wachsmodellation, Einbetten des mit einem Angußkanal versehenen Wachsmodells in eine handelsübliche selbsthärtende feuerfeste Einbettmasse und Austreiben des Wachses durch Erhitzen. Die Form wird in den Preßofen eingebracht, der entsprechend dimensionierte Angußkanal mit dem Sinterkörper aus Ausgangsglas bzw. Ausgangsglaskeramik bestückt, dieser bei einer Temperatur zwischen 950 und 1200°C in den viskosen Zustand überführt und unter einem Druck zwischen 2 und 6 bar in die Form verpreßt. Bei diesem Vorgang erfolgt die Kristallisation von mindestens 80% der theoretisch erzeugbaren Leucitmenge, die dann als einzige Kristallphase in einem Gesamtanteil von 20 bis 45 Gew.-% in der Glaskeramik vorliegt. Die Glaskeramik weist hierdurch einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $12,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $15,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  auf. Die erfindungsgemäße Glaskeramik läßt sich ohne weiteres bei einer Temperatur zwischen 900 und 1050°C in den viskosen Zustand überführen und unter einem Druck zwischen 3 und 5 bar verpressen. Der Preßvorgang ist normalerweise nach einer Zeit von 20 Minuten abgeschlossen. Nach Abkühlen, Entformen und Entfernen des Angußstücks liegt die geformte keramische Dentalrestauration vor und kann dann den gegebenenfalls erforderlichen Folge- oder Abschlußbearbeitungen unterzogen werden. Hierzu zählt insbesondere die Verblendung mit einer Dentalkeramik, die einen WAK von  $13,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $17,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist, wobei der WAK der Basiskeramik so gewählt wird, daß er um  $0,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , vorzugsweise um etwa  $1,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , unter dem der Verblendkeramik liegt.



Die erfindungsgemäße keramische Dentalrestauration erfüllt in vorzüglicher Weise alle Anforderungen, insbesondere hinsichtlich der mechanischen und optischen Eigenschaften, die an solche Produkte gestellt werden. Durch Variation der Komponenten der Glaskeramik innerhalb der angegebenen Bereiche können insbesondere die optischen Eigenschaften wie Färbung, Transluzenz und Opazität beeinflusst werden.

Auch wenn sich die erfindungsgemäße Glaskeramik in idealer Weise für die Verarbeitung als Preßkeramik eignet, so kann sie aber auch mit entsprechendem Ergebnis nach anderen Techniken zu geformten Dentalprodukten verarbeitet werden. Solche Verarbeitungstechniken sind Formgebung in Schlickertechnik und Sinterung, Formguß der Glasschmelze, Formpressen und Sinterung, Gießen oder Sintern zu einem Rohling und anschließende mechanische Formgebung. Die Leucitkristallisation erfolgt in diesen Fällen in dem Sinter- bzw. einem Tempersschritt.

#### Beispiele 1-9

Die Komponenten gemäß nachfolgender Tabelle 1 werden als Pulver homogen gemischt, bei einer Temperatur von 1550-1600°C zu einem Glasfluß aufgeschmolzen und die Schmelzen in kaltem Wasser gefrittet. Die erhaltene Glaspulver werden in einer Kugelmühle aufgemahlen und auf eine Partikelgröße von 100 µm gesiebt. Die Glaspulver werden durch Verpressen bei 100 bar und Sintern bei 850°C über einen Zeitraum von 1 min. zu Sinterkörpern der Abmessungen 11.9 mm Durchmesser und 10 mm Höhe verarbeitet. Die Sinterkörper werden dann in einem Preßofen gemäß EP 0 231 773 A1 unter einem Preßdruck von 3-5 bar innerhalb von 1 min. zu Glaskeramik-Formkörpern (Probekörper) verarbeitet. Tabelle 1 zeigt für die jeweilige Zusammensetzungen die Preßtemperatur  $T_p$  und den WAK der resultierenden Glaskeramik. Der WAK der Glaskeramiken liegt zwischen  $12,5 \cdot 10^{-6}$  und  $15,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .

Tabelle 1:

Nr.	Zusammensetzung [Gew.-%]										Tp [°C]	WAK $\alpha$ (20-500°C) $10^{-6} \text{ K}^{-1}$
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	Li <sub>2</sub> O	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	CeO <sub>2</sub>	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F		
1.	65,3	15,7	14,7	0,9	-	0,9	1,6	-	-	0,9	1090	12,5
2.	65,0	15,6	14,7	0,9	0,4	0,9	1,6	-	-	0,9	1060	14,3
3.	64,8	16,5	15,3	1,9	0,5	-	0,7	-	0,2	0,1	1150	15,4
4.	56,5	20,0	11,2	10,5	-	1,0	0,1	0,7	-	-	900	15,5
5.	58,6	21,5	10,4	9,4	-	-	0,1	-	-	-	1100	15,3
6.	58,1	22,0	9,4	10,4	-	-	0,1	-	-	-	1050	14,0
7.	57,8	22,2	8,9	11,0	-	-	0,1	-	-	-	1020	13,1
8.	59,6	22,2	9,5	8,6	-	-	0,1	-	-	-	1160	13,0
9.	59,4	21,6	10,4	8,5	-	-	0,1	-	-	-	1120	15,3

## Beispiel 10

Sinterkörper mit Zusammensetzung gemäß Beispiel 7 werden wie voran beschrieben bei unterschiedlichen Preßtemperaturen zu Dentalformkörpern (Kronen) verarbeitet. Danach werden die Kronen mit einer handelsüblichen Verblendkeramik (Ducera<sup>®</sup>, Fa. Ducera) nach Herstellerangaben verblendet. Zum Test auf Temperaturwechselbeständigkeit werden die Kronen nach jedem Brand (insgesamt fünf Brände) aus kochendem Wasser in Wasser von Raumtemperatur ( $\Delta T = 80^\circ\text{C}$ ) abgeschreckt und auf Ribbildung untersucht. Tabelle 2 zeigt den WAK der Dentalformkörper, der in Abhängigkeit von der Preßtemperatur zwischen  $13,1 \cdot 10^{-6}$  und  $13,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  liegt, nach dem Preßvorgang und die WAK-Differenz zur Verblendkeramik nach 1-5 Bränden, abhängig von der WAK-Veränderung (nach höheren Werten hin) der Verblendkeramik. Weiter zeigt Tabelle 2 die Zahl der jeweiligen im Temperaturwechseltest untersuchten Kronen und die Zahl der hierbei defekten Kronen. Das Ergebnis des Temperaturwechseltest im  $\Delta\text{WAK}$ -Bereich  $0,5-2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ist vorzüglich.

Tabelle 2

Preßtemperatur $T_p$ [°C]	Preßkeramik WAK $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$ [ $10^{-6}\text{K}^{-1}$ ] (driftstabil bei Folgebränden)	WAK-Differenz zur Verblendkeramik angegeben: Spanne zwischen 1. und 5. Brand	Getestete Kronen	davon Kronen mit Bruch (nach Anzahl der Brände)
1040	13,0	0,9 - 2,4	10	1 (nach 3. Brand)
990	13,3	0,6 - 2,1	10	0
940	13,7	0,2 - 1,7	10	8 (nach 1. Brand)
990	13,3	2,6	3	3 (nach 1. *) Brand)

\*) Vergleichsversuch: Versuchscharge einer Verblendkeramik mit einem WAK  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von 15,9.

## Patentansprüche

1. Keramische Dentalrestauration auf Basis einer leucithaltigen Glaskeramik, dadurch gekennzeichnet, daß die

Glaskeramik als Komponenten

40-95 Gew.-%  $\text{SiO}_2$   
 5-25 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
 5-25 Gew.-%  $\text{K}_2\text{O}$   
 0-25 Gew.-%  $\text{Na}_2\text{O}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{CaO}$   
 0-8 Gew.-%  $\text{B}_2\text{O}_3$   
 0-0,5 Gew.-%  $\text{P}_2\text{O}_5$   
 0-3 Gew.-% F

enthält,  
 daß sie als einzige Kristallphase Leucit in einem Gesamtanteil von 20 bis 45 Gew.-% enthält, wobei mindestens 80% der theoretisch erzeugbaren Leucitmenge vorliegen,  
 und daß sie einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $12,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $15,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist.  
 2. Keramische Dentalrestauration nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Glaskeramik als weitere Komponenten

0-10 Gew.-%  $\text{La}_2\text{O}_3$   
 0-10 Gew.-%  $\text{Sb}_2\text{O}_3$   
 0-10 Gew.-%  $\text{Li}_2\text{O}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{MgO}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{BaO}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{SrO}$   
 0-3,5 Gew.-%  $\text{ZnO}$   
 0-30 Gew.-%  $\text{TiO}_2$   
 0-14 Gew.-%  $\text{ZrO}_2$   
 0-30 Gew.-%  $\text{CeO}_2$   
 0-30 Gew.-%  $\text{SnO}_2$

enthält.  
 3. Keramische Dentairestauration nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Glaskeramik aus

50-80 Gew.-%  $\text{SiO}_2$   
 12-25 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
 7-18 Gew.-%  $\text{K}_2\text{O}$   
 0,5-25 Gew.-%  $\text{Na}_2\text{O}$   
 0,1-2,5 Gew.-%  $\text{CaO}$

besteht.  
 4. Keramische Dentalrestauration nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie mit einer Dentalkeramik, die einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $13,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $17,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist, verblendet ist, wobei der Wärmeausdehnungskoeffizienten der Basiskeramik so gewählt ist, daß er um  $0,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , vorzugsweise um etwa  $1,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , unter dem der Verblendkeramik liegt.  
 5. Keramische Dentalrestauration nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der lineare Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  der Basiskeramik  $13,0 \cdot 10^{-6}$  bis  $14,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  und der lineare Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  der Verblendkeramik etwa  $15,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  beträgt.  
 6. Verfahren zur Herstellung einer keramischen Dentalrestauration auf Basis leucithaltiger Glaskeramik gemäß den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man

(a) ein Ausgangsglas oder eine Ausgangsglaskeramik in Form eines Pulvers oder eines Granulats herstellt, die als Komponenten

40-95 Gew.-%  $\text{SiO}_2$   
 5-25 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
 5-25 Gew.-%  $\text{K}_2\text{O}$   
 0-25 Gew.-%  $\text{Na}_2\text{O}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{CaO}$   
 0-8 Gew.-%  $\text{B}_2\text{O}_3$   
 0-0,5 Gew.-%  $\text{P}_2\text{O}_5$   
 0-3 Gew.-% F

enthalten,

(b) aus dem Pulver oder Granulat einen Sinterkörper in Zylinder- oder Pelletform herstellt,  
 (c) den Sinterkörper bei einer Temperatur zwischen 850 und 1200°C in den viskosen Zustand überführt und unter einem Druck zwischen 2 und 6 bar in eine der Dentalrestauration entsprechende Form verpreßt, wodurch sich eine Glaskeramik bildet, die als einzige Kristallphase Leucit in einem Gesamtanteil von 20-45 Gew.-% enthält, wobei mindestens 80% der theoretisch erzeugbaren Leucitmenge vorliegen, und die einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $12,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $15,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist.

# DE 198 52 516 A 1

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Ausgangsglas oder eine Ausgangsglaskeramik verwendet, die als weitere Komponenten

0-10 Gew.-%  $\text{La}_2\text{O}_3$   
 0-10 Gew.-%  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  5  
 0-10 Gew.-%  $\text{Li}_2\text{O}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{MgO}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{BaO}$   
 0-20 Gew.-%  $\text{SrO}$   
 0-3,5 Gew.-%  $\text{ZnO}$  10  
 0-30 Gew.-%  $\text{TiO}_2$   
 0-14 Gew.-%  $\text{ZrO}_2$   
 0-30 Gew.-%  $\text{CeO}_2$   
 0-30 Gew.-%  $\text{SnO}_2$  15

enthalten.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Ausgangsglas oder eine Ausgangsglaskeramik verwendet, die aus

50-80 Gew.-%  $\text{SiO}_2$  20  
 12-25 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
 7-18 Gew.-%  $\text{K}_2\text{O}$   
 0,5-25 Gew.-%  $\text{Na}_2\text{O}$   
 0,1-2,5 Gew.-%  $\text{CaO}$  25

bestehen.

9. Verfahren nach den Ansprüchen 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man den Sinterkörper bei einer Temperatur zwischen 900 und 1050°C in den viskosen Zustand überführt und unter einem Druck zwischen 3 und 5 bar in eine der Dentalrestauration entsprechende Form verpreßt.

10. Verfahren nach den Ansprüchen 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man die Dentalrestauration mit einer 30  
 Dentalkeramik, die einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $13,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $17,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweist, verblendet, wobei der Wärmeausdehnungskoeffizienten der Basiskeramik so gewählt wird, daß er um  $0,5 \cdot 10^{-6}$  bis  $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , vorzugsweise um etwa  $1,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , unter dem der Verblendkeramik liegt.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Basiskeramik mit linearem Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von  $13,0 \cdot 10^{-5}$  bis  $14,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  mit einer Verblendkeramik mit linearem Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{(20-500^\circ\text{C})}$  von etwa  $15,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  verblendet. 35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -